

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ «РОСАТОМ»  
АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО  
«ВЫСОКОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ИНСТИТУТ НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ  
ИМЕНИ АКАДЕМИКА А.А. БОЧВАРА»  
(АО «ВНИИНМ»)

УТВЕРЖДАЮ

Директор научно-  
исследовательского

метрологического отделения –  
руководитель Провайдера МСИ

*В.Б. Горшков* В.Б. Горшков

*декабрь* 2022 г.



ОТЧЕТ №532/938-2022

О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ  
ИСПЫТАНИЙ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ УДЕЛЬНОЙ  
АКТИВНОСТИ ГАММА-ИЗЛУЧАЮЩИХ РАДИОНУКЛИДОВ В  
ДИАПАЗОНЕ ЭНЕРГИЙ 0,2-2,8 МЭВ, БК/КГ В ВОДНЫХ СРЕДАХ

по программе П.МСИ.РХКВ-532/010.3-2022

МОСКВА 2022

## Содержание

ВВЕДЕНИЕ .....	3
1. Определяемые показатели.....	3
2. Образцы для проверки квалификации .....	3
3. Методы (методики) измерений и испытаний .....	4
4. Анализ результатов исследований .....	4
5. Вывод.....	8
6. Заключение.....	8
7. Контактные сведения о Провайдере МСИ .....	9
8. Конфиденциальность .....	9

## **ВВЕДЕНИЕ**

Целью данных межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) являлась проверка качества измерений удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в диапазоне энергий 0,2 – 2,8 МэВ, Бк/кг в водных средах.

В МСИ приняли участие 2 лаборатории.

Проведение МСИ осуществлялось на договорной основе с организациями-участниками.

### **1. Определяемые показатели**

Определяемый показатель (параметр): удельная активность гамма-излучающих радионуклидов в диапазоне энергий 0,2 – 2,8 МэВ.

Объект измерения: водный раствор.

Диапазон измерений: от 1,0 до 100 Бк/кг.

### **2. Образцы для проверки квалификации**

В качестве объекта для проверки квалификации (ОПК) при проведении МСИ изготовлены специальные ОПК.

Требования к изготовлению, контролю качества и хранению изложены в техническом задании ТЗ 505/532-61-2022 от 01.06.2022 г.

Для изготовления ОПК использовался азотнокислый раствор, содержащий  $\gamma$ -излучающий радионуклид  $^{137}\text{Cs}$ .

Материал ОПК был расфасован в полипропиленовые пробирки с герметично закрывающимися крышками. Каждая пробирка была снабжена этикеткой, на которой указывается наименование Программы МСИ, шифр ОПК, объем ОПК. Потребительская и транспортная тара обеспечивали условия, при которых сохраняется целостность упаковки и неизменность метрологических характеристик материала ОПК.



Однородность обеспечена процедурой приготовления ОПК. Все ОПК приготовлены из водного (азотнокислого) раствора с процедурой многократного перемешивания. Стабильность ОПК обеспечивается применением кислых растворов и учетом радиоактивного распада (протокол аттестации №532/878 от 03.03.2022).

Приписанные значения и значения расширенной неопределенности приписанного значения характеристики изложены в протоколе № 532/886-2022 от 05.03.2022 г. и таблицах 1-2 данного отчета.

Прослеживаемость приписанного значения обеспечивалась применением эталонных радиоактивных растворов (ЭРР), имеющих статус рабочих эталонов 1 разряда и калиброванных с помощью первичного государственного эталона, калиброванных мер вместимости и поверенных средств измерений.

### **3. Методы (методики) измерений и испытаний**

Для проведения измерений могли быть использованы любые методики измерений. В перечень методик, которые были использованы при измерениях, вошли:

- МВИ 15.1.6(8)-11 Методика измерений активности счетных образцов на гамма-спектрометрах ЛРК ОАО «ВНИИНМ»;

- Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения «SpectraLine», ФР.1.40.2014.18318.

### **4. Анализ результатов исследований**

Обработка полученных результатов производилась в соответствии с требованиями и с использованием алгоритмов, описанных в ГОСТ Р 50779.60-2017.

Для каждой лаборатории рассчитывалась величина критерия ( $E_n$ ) по формуле:

$$(E_n)_i = \frac{x - X_i}{\sqrt{U_x^2 + U_X^2}}, \quad (1)$$

где  $X_i$  – результат измерения  $i$ -ой лаборатории;

$x$  – приписанное значение ОПК;

$U_x$  – заявленное  $i$ -й лабораторией значение расширенной неопределенности результата измерения, соответствующее погрешности результата при доверительной вероятности  $P=0,95$ ;

$U_X$  – расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, соответствующая погрешности результата при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Если выполняется неравенство  $|(E_n)_i| \leq 1$ , результат  $i$ -той лаборатории считается удовлетворительным в границах заявленных погрешностей (неопределенности).

Если  $|(E_n)_i| > 1$ , результат  $i$ -той лаборатории считается неудовлетворительным.

Результаты расчета  $E_n$  представлены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Результаты расчета статистического критерия при определении удельной активности гамма-излучающих радионуклидов

Шифр ОПК	Приписанное значение ОПК, Бк/кг	Расширенная неопределенность приписанного значения, Бк/кг	Результат лаборатории, Бк/кг	Погрешность (расширенная неопределенность) результата лаборатории, Бк/кг	$E_n$	Результат
1	37,0	1,2	47,0	3,3	2,85	неудовлетворительно
3	36,4	1,2	33,37	5,69	0,52	удовлетворительно

На рисунке 1 представлена диаграмма, являющаяся графическим отображением оценки результатов лабораторий по статистическому критерию.

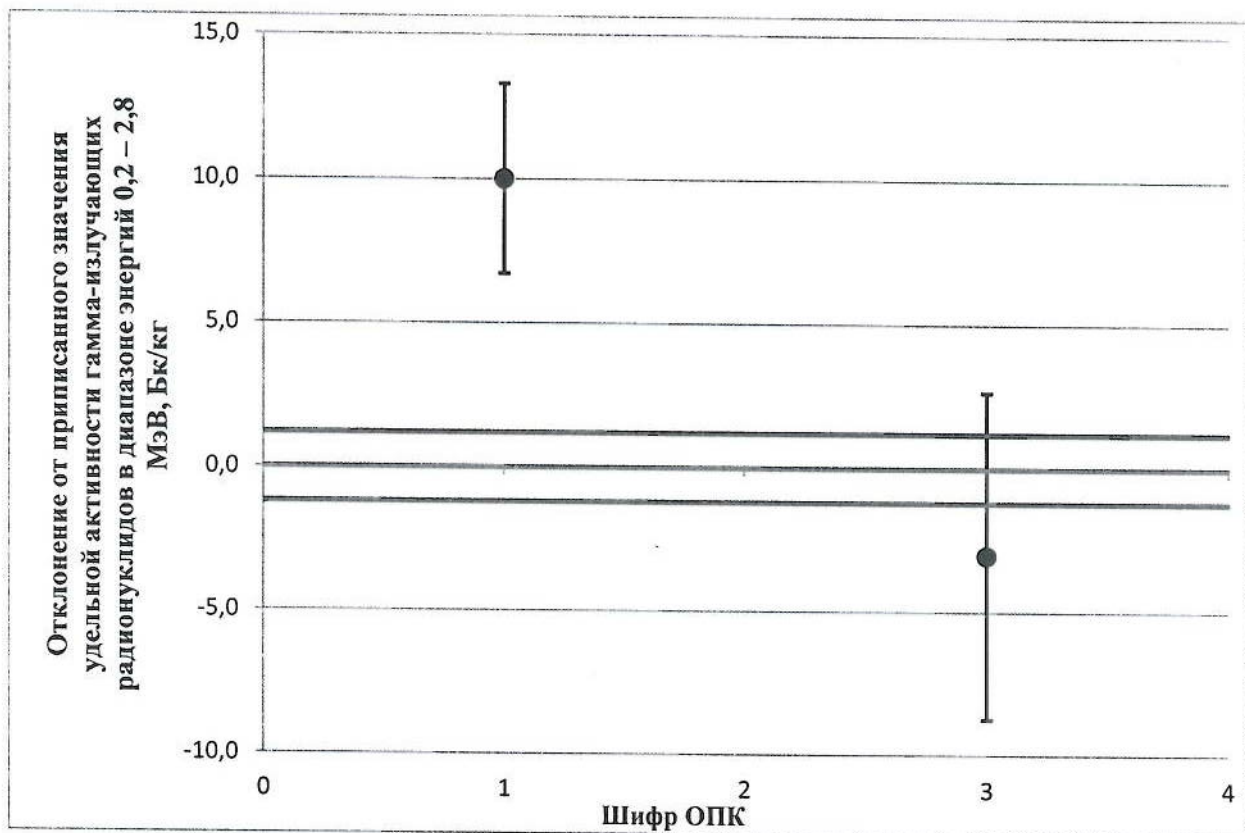


Рисунок 1 – Результаты определения удельной активности гамма-излучающих радионуклидов

На диаграмме каждый результат представлен с указанием границ погрешности (неопределенности) измерения, указанной лабораторией.

Центральной линией обозначено нулевое отклонение от приписанного значения ОПК, интервал, ограниченный верхней и нижней линиями, – границы неопределенности приписанного значения ОПК.

Результаты измерений, погрешности (неопределенности) которых имеют пересечения с границами неопределенности ОПК и удовлетворяют значению статистического критерия  $E_n \leq 1$ , считаются удовлетворительными в границах заявленных погрешностей (неопределенностей).

По результатам анализа выявлено, что по показателю удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в диапазоне энергий 0,2 – 2,8



МэВ, Бк/кг половина результатов удовлетворительны по статистическому критерию.

Вторым критерием оценки качества результатов измерений, проведенных лабораторией, является Z-индекс.

На основе результатов измерений вычисляется значение Z-индекса для каждого полученного от лаборатории результата измерений по формуле:

$$Z = \frac{X-C}{\sigma(\Delta_D)}, \quad (2)$$

где  $X$  – результат измерений;

$C$  – приписанное значение ОПК для определяемого показателя;

$\sigma(\Delta_D)$  – среднее квадратическое отклонение погрешности, установленной для методики измерений, равно  $\Delta/2$  (РМГ-103-2010 ГСИ).

Заключение о качестве результатов измерений контролируемого объекта по каждому определяемому показателю делали на основе сравнения значения  $|Z|$  с установленными нормативами контроля:

– при  $|Z| \leq 2$  качество результатов измерений признают удовлетворительным;

– при  $2 < |Z| \leq 3$  качество результатов измерений признают сомнительным и подлежащим дополнительной проверке;

– при  $|Z| > 3$  качество результатов измерений признают неудовлетворительным.

Результаты расчета Z-индекса представлены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Результаты расчета Z-индекса при определении удельной активности гамма-излучающих радионуклидов

Шифр ОПК	Приписанное значение ОПК, Бк/кг	Расширенная неопределенность приписанного значения, Бк/кг	Результат лаборатории, Бк/кг	Погрешность (расширенная неопределенность) результата лаборатории, Бк/кг	Z	Результат
1	37,0	1,2	47,0	3,3	6,06	неудовлетворительно
3	36,4	1,2	33,37	5,69	1,07	удовлетворительно

В целом значения Z-индекса коррелируют со значениями статистического критерия (таблица 1).

## 5. Вывод

Одна из двух участвовавших в МСИ лабораторий получила удовлетворительные результаты измерений.

## 6. Заключение

По результатам проведенных межлабораторных сличительных испытаний участникам были выданы свидетельства об участии. Все свидетельства в качестве приложения содержат заключения с результатами измерений и указанием критериев их оценки.



## 7. Контактные сведения о Провайдере МСИ

Провайдер МСИ (АО «ВНИИИМ»), аккредитованный в национальной системе аккредитации (уникальный номер записи в реестре аккредитованных лиц №РА.RU.430166).

123060, Москва, а/я 369, АО «ВНИИИМ»; тел./факс: 8 (499) 190-23-25.

Руководитель Провайдера МСИ – директор научно-исследовательского метрологического отделения АО «ВНИИИМ» Горшков В.Б.

Координатор программы – начальник лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля АО «ВНИИИМ» Максимова И.М.

## 8. Конфиденциальность

Конфиденциальность обеспечивается в соответствии с РК-505-3-2021, разработанным Провайдером МСИ. На основании РК полная информация о результатах проведенной Программы предоставляется только заказчику. Идентичность участников МСИ является строго конфиденциальной информацией и известна только ограниченному числу лиц, принимавших участие в организации МСИ.

Начальник лаборатории  
метрологического обеспечения  
аналитического контроля –  
координатор МСИ, к.х.н.

И.М. Максимова

Ведущий инженер-технолог лаборатории  
метрологического обеспечения  
аналитического контроля

Е.Е. Лебенкова

Конец отчета